diluted to 250 ml. This solution is known as diperiodato cuprate solution.

It was found that the final concentration of copper(III), 0.0562 M, is more or less the same, with the amount of Cu(II) taken. The copper(III) solution should have been 0.057 M. The hydroxyl ion concentration was found to be ca. 0.55 M. The solution, thus obtained, was fairly stable and the concentration remains practically unaltered for several months.

For standardization 2 ml of the solution were treated with an excess of 1 ml of 0.125 M silver nitrate. Cu(III) reacts with Ag(I) to form Ag(II) oxide. Acidify the reaction mixture with ca. 11 ml of 1 N nitric acid to dissolve Ag(I) oxide. Ag(II) oxide is ineffective with nitric acid, which can be subsequently filtered and washed several times with double distilled water on a sintered glass crucible (porosity 4). The precipitate of Ag(II) oxide was then treated with 2 ml of 0.0756 M ferrous ammonium sulphate solution. Ag(II) oxidises Fe(II) to Fe(III) stage and the Fe(II) left in the filtrate was back-titrated with a standard ceric sulphate solution (0.01 M) using ferron as indicator. A blank is also run.

Procedure

5 ml of the mixture solution were treated with an excess of Ag(III) at 80°C for 3 h. The remaining Ag(III) left was estimated iodometrically [3]. Same volume of the mixture solution was boiled with an excess of diperiodato cuprate(III)

solution. The remaining solution was titrated as discussed in standardization. Same volume of the mixture solution was boiled with an excess of ditellurato cuprate solution. The remaining solution was determined as described [1]. Results are obtained by calculating the appropriate differences. The experiments have been performed using various concentrations of mixture solution.

Formic, oxalic and acetic acids require 2, 2 and 8 equivalents of oxidant for their complete oxidation. The quantities of the three acids have been calculated in g · mole. Experiments have been repeated several times with about $2-6 \times 10^{-5}$ g · moles of substance and results are obtained with $\pm 0.8\%$ deviation. Interferences are observed in the presence of other inorganic and organic substances.

References

1. Chandra, S., Yadava, K. L.: *Talanta* **15**, 349 (1968).
2. Jaiswal, P. K.: *Chim. Anal. (Paris)* **53**, 631 (1971).
3. Jaiswal, P. K., Yadava, K. L.: *Talanta* **17**, 236 (1970).

Dr. P. K. Jaiswal
136 Nai Basti, Kydgunj
Allahabad-3, U. P.
India

Dünnschicht-chromatographische Trennung und Identifizierung von Mandelsäurebenzylester, Phenacetin, Coffein, Phenazon und Aminophenazon an Fertigfolien * und Kieselgel-G-Schichten

Thin-Layer Chromatographic Separation and Identification of Benzyl Mandelate, Phenacetin, Caffeine, Phenazone and Aminophenazone on Ready-Made Foils and Silica-Gel G Layers

Nachw. von Mandelsäurebenzylester, Phenacetin, Coffein, Phenazon, Aminophenazon; Chromatographie, Dünnschicht; Fertigfolien mit Lumineszenzindikator.

H. Thielemann

Eingegangen am 1. August 1972

Die genannten Verbindungen sind z.B. in den Spalttabletten (VEB Berlin-Chemie, Berlin-Adlershof) in Mengen von 0,025 g (Mandelsäurebenzylester), 0,05 g (Aminophenazon), 0,05 g (Coffein), 0,1 g (Phenazon) und 0,1 g (Phenacetin), außerdem teilweise in den verschiedensten Kombinationspräparaten enthalten. Eine dünn-schicht-chromatographische Trennung und Identifizierung kann aus toxikologischen und pharmazeutischen Gründen von Interesse sein.

* Silufol Fertigfolien UV 254 der Fa. Sklárny Kavalier (ČSSR), s. vorhergehende Mitteilung: diese Z. **262**, 287 (1972).

Experimenteller Teil

Bei Verwendung von Fertigfolien und Aceton/Cyclohexan (50 + 40) als Laufmittel I bzw. Benzol/Aceton (80 + 20) als Laufmittel II können alle Substanzen mit dem Sprühreagens Kaliumhexacyanoferrat(III)/Eisen(III)-chlorid angefärbt (außer Coffein, Phenazon braun, die übrigen violett) bzw. mit Joddampf lokalisiert werden. Allerdings ist der Farbfleck von Coffein nach der Entwicklung nicht allzu lange beständig.

Herstellung der Sprühlösung. Lösung a. Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung (1% in Wasser).

Lösung b. Eisen(III)-chloridlösung (2% in Wasser).

a und b werden kurz vor dem Besprühen zu gleichen Teilen gemischt. Ein nachträgliches Besprühen mit 2 N Salzsäure intensiviert die Farbreaktion.

hR_F-Werte mit Laufmittel I: Mandelsäurebenzylester 92, Phenacetin 78, Aminophenazon 55, Coffein und Phenazon 32.

hR_F-Werte mit Laufmittel II: Mandelsäurebenzylester 90, Phenacetin 40, Aminophenazon 26, Coffein und Phenazon 13, als Reinsubstanzen trennbar: Coffein 13, Phenazon 9.

Bei Verwendung von Kieselgel G-Platten nach Stahl, die 2 h bei 110°C aktiviert wurden, und den Laufmittelsystemen I und II ergaben sich folgende hR_F-Werte:

Laufmittel I: Mandelsäurebenzylester 97, Phenacetin 88, Aminophenazon 75, Phenazon und Coffein 43, als Reinsubstanzen trennbar: Coffein 39 und Phenazon 34.

Laufmittel II: Mandelsäurebenzylester 86, Phenacetin 43, Aminophenazon 31, Phenazon und Coffein 14, als Reinsubstanzen trennbar: Coffein 15 und Phenazon 10.

Dr. rer. nat. H. Thielemann
DDR-36 Halberstadt
Wasserturmstr. 10
Deutsche Demokratische Republik